

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESEN

PCT

10/528414

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)

REC'D 29 OCT 2004

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts B02/0686PC	WEITERES VORGEHEN siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/PEA/416)	
Internationales Aktenzeichen PCT/EP 03/04332	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 25.04.2003	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 18.09.2002
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C07C41/03		
Anmelder BASF AKTIENGESELLSCHAFT et al.		

1. Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.


2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.

☒ Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).

Diese Anlagen umfassen insgesamt 3 Blätter.

3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:

- I ☒ Grundlage des Bescheids
- II ☐ Priorität
- III ☐ Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
- IV ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
- V ☒ Begründete Feststellung nach Regel 66.2 a)ii) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
- VI ☐ Bestimmte angeführte Unterlagen
- VII ☐ Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
- VIII ☐ Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Datum der Einreichung des Antrags 20.02.2004	Datum der Fertigstellung dieses Berichts 28.10.2004
Name und Postanschrift der mit der internationalen Prüfung beauftragten Behörde  Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Bevollmächtigter Bediensteter Seelmann, M Tel. +49 89 2399-8335



I. Grundlage des Berichts

1. Hinsichtlich der **Bestandteile** der internationalen Anmeldung (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigefügt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17):*

Beschreibung, Seiten

1-20 in der ursprünglich eingereichten Fassung

Ansprüche, Nr.

1-8 eingegangen am 15.06.2004 mit Telefax

2. Hinsichtlich der **Sprache**: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die Bestandteile standen der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache eingereicht; dabei handelt es sich um:

- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach Regel 23.1(b)).
- ☐ die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).
- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden; das:

- ☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- ☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- ☐ Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- ☐ Beschreibung, Seiten:
- ☐ Ansprüche, Nr.:
- ☐ Zeichnungen, Blatt:

5. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).

(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen; sie sind diesem Bericht beizufügen.)

6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

- | | |
|--------------------------------|--|
| 1. Feststellung | |
| Neuheit (N) | Ja: Ansprüche 1-6
Nein: Ansprüche 7-8 |
| Erfinderische Tätigkeit (IS) | Ja: Ansprüche |
| | Nein: Ansprüche 1-6 |
| Gewerbliche Anwendbarkeit (IA) | Ja: Ansprüche: 1-8
Nein: Ansprüche: |

2. Unterlagen und Erklärungen:

siehe Beiblatt

Zu Punkt V

Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

Die vorliegende Anmeldung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Alkoxylaten durch das Inkontaktbringen eines Alkylenoxidgemisches und eines Guerbet-Alkohol als Starterverbindung in Gegenwart von einem Doppelmetallcyanid als Katalysator, dadurch gekennzeichnet, daß während der Induktionsphase die Summe aus Inertgas-Partialdruck und Ethylenoxid-Partialdruck bei 1.5 bis 6.0 bar liegt.

D1 WO 01 04 183 in der Anmeldung zitiert

D2 WO 94 11 331 in der Anmeldung zitiert

1. Änderungen - Art. 34(2)b) PCT

Anspruch 1 resultiert aus den ursprünglichen Ansprüchen 1 und 7. Der ursprüngliche Anspruch 6 wurde gestrichen. Diese Änderungen sind im Einklang mit den Kriterien von Artikel 34(2)b) PCT.

2. Neuheit - Art.33(2) PCT

Verfahren zur Ethoxylierung von hydroxyfunktionellen Starterverbindungen, aber kein Guerbet Alkohol, sind schon aus **D1** bekannt. Die Induktionsphase ist in der vorliegenden Anmeldung definiert als eine gewisse Verzögerung des Reaktionsbeginns nach dem Inkontaktbringen des Alkylenoxidgemisches mit dem Starteralkohol und der Doppelmetallverbindung. Das Ende der Induktionsphase äußert sich durch einen Druckabfall. Im Beispiel 2.B liegt der gesamte Druck (enthaltend Partialdruck vom Inertgas und Ethylenoxid) bei ca 50 psia, i.e. 3 bar, bevor die Reaktion beginnt. Daher ist das technische Merkmal *bezüglich* Partialdruck von der vorliegenden Anmeldung schon aus **D1** bekannt.

D2 beschreibt Alkoxylate von Guerbet-Alkoholen in Detergenz-Zusammensetzungen zur Einfettung harter Oberflächen (Seite 2, Zeile 5- Seite 3, Zeile 5; Ansprüche 4-6). Alkoxylate sind in **D2** aus 2-Propyl Heptanol und Ethylenoxid in dem molaren Bereich von 1:3 zu 1:8.4 hergestellt. Ohne explizit experimentelle Daten sind die vorliegenden Verbindungen, wie im Beispiel 5, nicht neu gegenüber **D2**.

Neuheit kann daher nur für den Gegenstand gemäß der Ansprüche 1-6 anerkannt werden.

3. Erfinderische Tätigkeit - Art.33(3) PCT

Das Verfahren gemäß **D1** unterscheidet sich von der vorliegenden Anmeldung durch die Starterverbindung: kein Guerbet-Alkohol wird erwähnt. Das technische Problem liegt darin, ein anderes Verfahren zur Herstellung von Alkoxyaten bereitzustellen. Die Lösung ist die Verwendung von Guerbet-Alkoholen als Starterverbindung.

D2 beschreibt Alkoxyate von 2-Propylheptanol, ein Guerbet-Alkohol, in Detergenzzusammensetzungen zur Enfettung harter Oberflächen (Seite 2, Zeile 5- Seite 3, Zeile 5; Ansprüche 4-6). In diesem Dokument werden Alkoxyate mit einem Alkalimetall-Katalysator statt einer Doppelmetallverbindung (DMC) hergestellt. Die Vorteile vom DMC statt Alkalimetall als Katalysator in Alkoxylierungsverfahren sind allgemein bekannt (**D1**, Seiten 1 und 2). Es wäre daher naheliegend die Lehre aus **D1** auf eine weitere Starterverbindung zu probieren. Ohne weitere experimentelle Beweise für einen überraschenden Effekt (d.h. geringerer Gehalt an Restalkohol und geringere Geruchbelästigung gegenüber die bekannten Alkoxyate als **D2**), beruht der Gegenstand des Anspruchs 1 gegenüber **D1** in Kombination mit **D2** auf keiner erfinderischen Tätigkeit.

PCT/EP03/04332
15. Juni 2004

Geänderte Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung mindestens eines Alkoxylats, umfassend das Inkontaktbringen eines Alkylenoxidgemisches, mindestens enthaltend Ethylenoxid, mit mindestens einer Starterverbindung in Gegenwart mindestens einer Doppelmetallcyanid-Verbindung der allgemeinen Formel I:



in der

- M^1 mindestens ein Metallion, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Zn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Co^{3+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Sn^{2+} , Pb^{2+} , Mo^{4+} , Mo^{6+} , Al^{3+} , V^{4+} , V^{5+} , Sr^{2+} , W^{4+} , W^{6+} , Cr^{2+} , Cr^{3+} , Ca^{2+} , Hg^{2+} , Pd^{2+} , Pt^{2+} , V^{2+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Cu^{2+} , La^{3+} , Ce^{3+} , Ce^{4+} , Eu^{3+} , Ti^{3+} , Ti^{4+} , Ag^+ , Rh^{2+} , Rh^{3+} , Ru^{2+} , Ru^{3+} ist,
- M^2 mindestens ein Metallion, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Fe^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Co^{3+} , Mn^{2+} , Mn^{3+} , V^{4+} , V^{5+} , Cr^{2+} , Cr^{3+} , Rh^{3+} , Ru^{2+} , Ir^{3+} ist,
- A und X unabhängig voneinander ein Anion, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Halogenid, Hydroxid, Sulfat, Carbonat, Cyanid, Thiocyanat, Isocyanat, Cyanat, Carboxylat, Oxalat, Nitrat, Nitrosyl, Hydrogensulfat, Phosphat, Dihydrogenphosphat, Hydrogenphosphat oder Hydrogencarbonat sind,
- L ein mit Wasser mischbarer Ligand ist, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Alkoholen, Aldehyden, Ketonen, Ethern, Polyethern, Estern, Polyestern, Polycarbonat, Harnstoffen, Amiden, primären, sekundären und tertiären Aminen, Liganden mit Pyridin-Stickstoff, Nitrilen, Sulfiden, Phosphiden, Phosphiten, Phosphanen, Phosphonaten und Phosphaten,
- k eine gebrochene oder ganze Zahl größer oder gleich Null ist, und

15. JUN. 2004 14:47

SENBRUCK ET AL-

NR. 860 S. 6/7

2

- P ein organischer Zusatzstoff ist,
- a, b, c, d, g und n so ausgewählt sind, dass die Elektroneutralität der Verbindung (I) gewährleistet ist, wobei $c = 0$ sein kann,
- e die Anzahl der Ligandenmoleküle eine gebrochene oder ganze Zahl größer 0 oder 0 ist,
- f und h unabhängig voneinander eine gebrochene oder ganze Zahl größer 0 oder 0 sind,

dadurch gekennzeichnet, dass während der Induktionsphase die Summe aus Inertgas-Partialdruck und Ethylenoxid-Partialdruck bei 1,5 bar bis 6,0 bar liegt und die Starterverbindung ein Guerbet-Alkohol ist.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Gesamtdruck im Verlauf der Umsetzung nicht über 11 bar steigt.

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens eine der folgenden Eigenschaften erfüllt ist:

(1) M^1 ist ausgewählt aus der Gruppe Zn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Co^{3+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} , Co^{2+} ;

(2) M^2 ist ausgewählt aus der Gruppe Fe^{2+} , Fe^{3+} , Co^{3+} .

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass M^1 Zn^{2+} und M^2 Co^{3+} ist.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die als Katalysator eingesetzte Doppelmetallcyanid-Verbindung kristallin ist

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Alkylenoxidgegemisch einen Ethylenoxid-Anteil von mehr als 99% aufweist.
7. Alkoxylat, erhältlich nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6.
8. Verwendung eines Alkoxylats gemäß Anspruch 7 als Emulgator, Schaumregler oder als Netzmittel für harte Oberflächen.

Translation

Recd. 110 18 APR 2005

PATENT COOPERATION TREATY

10/328410

PCT/EP2003/004332



PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference B02/0686PC	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/EP2003/004332	International filing date (day/month/year) 25 April 2003 (25.04.2003)	Priority date (day/month/year) 18 September 2002 (18.09.2002)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C07C 41/03		
Applicant BASF AKTIENGESELLSCHAFT		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.
2. This REPORT consists of a total of <u>5</u> sheets, including this cover sheet. <input checked="" type="checkbox"/> This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT). These annexes consist of a total of <u>3</u> sheets.
3. This report contains indications relating to the following items: I <input checked="" type="checkbox"/> Basis of the report II <input type="checkbox"/> Priority III <input type="checkbox"/> Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability IV <input type="checkbox"/> Lack of unity of invention V <input checked="" type="checkbox"/> Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement VI <input type="checkbox"/> Certain documents cited VII <input type="checkbox"/> Certain defects in the international application VIII <input type="checkbox"/> Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 20 February 2004 (20.02.2004)	Date of completion of this report 28 October 2004 (28.10.2004)
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP2003/004332

I. Basis of the report

1. With regard to the elements of the international application:*

- ☐ the international application as originally filed
- ☒ the description:
 pages 1-20, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____
- ☒ the claims:
 pages _____, as originally filed
 pages _____, as amended (together with any statement under Article 19
 pages _____, filed with the demand
 pages 1-8, filed with the letter of 15 June 2004 (15.06.2004)
- ☐ the drawings:
 pages _____, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the sequence listing part of the description:
 pages _____, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____

2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language _____ which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/fig _____

5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).**

* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

** Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.
PCT/EP 03/04332

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Claims	1 - 6	YES
	Claims	7 - 8	NO
Inventive step (IS)	Claims		YES
	Claims	1 - 6	NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1 - 8	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

The present application relates to a method for the production of alkoxylates by contacting an alkylene oxide mixture with a guerbet alcohol - as a starter compound - in the presence of a double metal cyanide as a catalyst, said method being characterised in that the sum of inert gas partial pressure and ethylene oxide partial pressure during the induction phase is between 1.5 and 6.0 bar.

D1: WO 01 04 183, cited in the application.

D2: WO 94 11 331, cited in the application.

1. Amendments (PCT Article 34(2) (b))

Claim 1 has been produced from the original claims 1 and 7. The original claim 6 was deleted. These amendments are in accordance with the criteria of PCT Article 34(2) (b).

2. Novelty (PCT Article 33(2))

Methods for the ethoxylation of hydroxyfunctional starter compounds, but not guerbet alcohol, are

/...

already known from D1. In the present application, the induction phase is defined as a specific delay in the start of the reaction after the alkylene oxide mixture has been contacted with the starter alcohol and the double metal compound. The end of the induction phase is marked by a decrease in pressure. In example 2.B, the same pressure (comprising partial inert gas and ethylene oxide pressures) is *circa* 50 psia, i.e. 3 bar, before the reaction starts. Therefore, the technical feature *in respect of* partial pressure is already known from document D1.

D2 describes alkoxylates of guerbet alcohols in detergent compositions for degreasing hard surfaces (page 2, line 5 to page 3, line 5; claims 4-6). In D2, alkoxylates are produced from 2-propylheptanol and ethylene oxide in the molar range from 1:3 to 1:8.4. In the absence of explicit experimental data, the present compounds, as in example 5, are not novel over D2.

Thus, novelty cannot be acknowledged in respect of the subject matter of claims 1-6.

3. Inventive step (PCT Article 33(3))

The method according to D1 differs from the present application by virtue of the starter compound, no guerbet alcohol being mentioned. The technical problem is that of providing another method for the production of alkoxylates. The problem is solved by the use of a guerbet alcohol as a starter compound.

/...

D2 describes alkoxylates of 2-propylheptanol - a guerbet alcohol - in detergent compositions for degreasing hard surfaces (page 2, line 5 to page 3, line 5; claims 4-6). In said document, alkoxylates are produced with an alkali metal catalyst instead of a double metal compound (DMC). The advantages of the DMC instead of an alkali metal as a catalyst in alkoxylation methods are widely known (D1, pages 1 and 2). It would therefore be obvious to test the teaching of D1 on a further starter compound. In the absence of further experimental evidence of a surprising effect (i.e. a reduced content of residual alcohol and reduced malodour relative to the alkoxylates known from D2), the subject matter of claim 1 does not involve an inventive step relative to D1 in combination with D2.